

(3)

<特公昭40-27056>

JP40-27056

Patent Assignee; Pennsalt Chemicals Corporation

Title of the Invention: Composition comprising a stabilized aromatic vinyl compound

CLAIM:

1 A composition comprising an aromatic vinyl compound containing a N,N-di(lower alkyl)hydroxylamine salt derived from a fatty acid having 2 to 18 carbon atoms, wherein the amount of N,N-di(lower alkyl)hydroxylamine salt is enough to inhibit the polymerization.

100 g (0.5 モル) の精製したラウリン酸 (融点 42~43℃) 及び 44.5 g (0.5 モル) の 99.7% N, N-ジエチル ヒドロキシルアミンの混合物をピーカー中で 40℃ に加温し、酸を完全に溶解させた。生成物は 0.1N HClO_4 での非水性滴定

による分析試験で96.88% ジエチルヒドロキシルアミン・ラウレートを示す黄色液体であった。

N, N-ジ-*n*-ブチルヒドロキシルアミン・ラウレート

6.2g (0.04 モル) の92.5% N, N-ジ-*n*-ブチルヒドロキシルアミン及び精製した ラウリン酸 (融点 42~43℃) の混合物を酸が溶融して淡褐色液体生成物が得られるまでビーカー中で僅かに加熱した。

本発明の効果を説明するために次の実施例を示す。

実施例 1

種々の N, N-ジアルキルヒドロキシルアミン塩を含むステレン及び抑制剤を含まない対照ステレンの重合を膨脹試験によつて比較した。使用した膨脹計は 25 ml 容量の大きさ及び 2.0mm 孔の 80cm 毛細管を持つ活栓型のものである。開いた毛細管頂部を小さなガラス玉でせんをして単量体の蒸発を除去した。抑制剤及び如何なる不純物をも含まないことを確実にするために使用したステレンは重合に先立つて蒸留し、そして氷室に保持した。ステレン供給物をステレンの底部の下に延びる管を通して吸引させることによつて膨脹計に吸入した。次いで膨脹計は、バルブ及び毛細管の 5cm が油水面下に水没するように鉱油浴中に置く。次いで油浴を加熱してステレンの温度を 120±0.2℃ に上昇させた。サーモスタットの調節された浴中に膨脹計を浸漬させて熱的平衡に達させるために溶液に対して約 15 分間を必要とした。

最初加熱に際して、毛細管中のステレンの容量は与えられた水準に増大した。その後重合が開始しそして継続するにつれて毛細管中の液体の水準は漸次的に降下する。かくして毛細管中の液体の容量の減少を直接測定して発生した重合の量が示されるより少ない減少はより大なる阻止を示す。次の表は試験した化合物及び得られた結果を示す。

第 1 表

ステレンに於ける 0.5 (重量) % の N, N-ジエチルヒドロキシルアミン塩の安定化効果

	120℃ において 2 時間での高さの減少	
	cm	対照に対する (%)
A		
対 照	26.5	—
ジエチルヒドロキシルアミン	4.2	15.8
ジエチルヒドロキシルアミン・アセテート	0.7	2.6
B		
対 照	31.3	—
ジエチルヒドロキシルアミン	2.3	73.5

ジエチルヒドロキシルアミン・プロピオネート 0.7 21.0

C

対 照	39.8	—
ジエチルヒドロキシルアミン	6.2	15.6
ジエチルヒドロキシルアミン塩酸塩	7.0	17.6
ジエチルヒドロキシルアミン・ベンゾエート	30.0	75.4
ジエチルヒドロキシルアミン・サリチレート	18.2	45.7
ジエチルヒドロキシルアミン・ステアレート	1.7	4.3

ジエチルヒドロキシルアミンの脂肪酸塩はジエチルヒドロキシルアミン、その塩酸塩又はその芳香族カルボン酸塩に比して著しく優れた重合抑制剤であることが前記第 1 表から明らかである。

実施例 2

ジエチルヒドロキシルアミンアセテートを用い、ステレンの 0.1 (重量) % の濃度において実施例 1 の評価方法を繰り返した。ステレンの重合は著しく抑制され、抑制剤なしで得られたものの僅か 6 % 生じるにすぎなかつた。

実施例 3

実施例 1 と同じ方法による 0.1 % 濃度における二つのラウリン酸塩の評価では次の結果が示された。

化 合 物	120℃ において 2 時間での高さの減少	
	cm	対照に対する (%)
対 照	71.0	—
N, N-ジエチルヒドロキシル・ラウレート	7.8	11.0
N, N-ジ- <i>n</i> -ブチルヒドロキシルアミン・ラウレート	3.3	4.6

本発明に従つて抑制剤を使用するに際し、N, N-ジ低級アルキルヒドロキシルアミンは最初に未抑制ステレンに溶解して貯蔵溶液を得ることができる。この貯蔵溶液の一部を次いで安定化されるべきステレンに対する添加剤として使用する。この方法で安定化剤は容易に取り扱われ、貯蔵されそして輸送される。

前記の記載及び実施例から、本発明の精神及び範囲から逸脱することなく多くの変化及び変形がなされることが理解されるであろう。

特許請求の範囲

1 重合を抑制する量の 2~18 個の炭素原子を含有する脂肪酸から誘導される N, N-ジ低級アルキルヒドロキシルアミン塩を含有する芳香族ビニル化合物を含む組成物。